

(d)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-036902

(43)Date of publication of application : 06.02.1992

(51)Int.Cl.

H01B 1/20
C09J 9/02
C09J 11/00
C09J201/00
C23C 18/20
H01B 1/22

(21)Application number : 02-144638

(71)Applicant : SEKISUI FINE CHEM KK

(22)Date of filing : 01.06.1990

(72)Inventor : KAMIYOSHI KAZUHIKO

(54) CONDUCTIVE FINE GRAIN AND CONDUCTIVE ADHESIVE

(57)Abstract:

PURPOSE: To get a conductive adhesive which certainly displays uniform and good conductivity, whose conductivity does not deteriorate even if heating and cooling are repeated by applying metal plating to the surface of nonconductive fine grain whose surface is provided with a projection.

CONSTITUTION: The inside of a fine grain is made up of nonconductive material. An organic substance and also inorganic substance can be used for nonconductive material. Various types of plastics can be used for organic substances. Glass can be used for an inorganic substance. This fine grain has a projection on its surface. The non-conductive fine grain to be used can also be made by such a method that confeitos are made. That is, parent grains are put in a rotating container, and a solution of son grain is attached to the surfaces of grains, and while the container is being rotated, the solvent is evaporated to make solute angularly deposite on the surface of parent grain so that it is possible to make a fine grain having a projection. This fine grain can be made such that its surface is metal-plate as the projection that the nonconductive fine grain has is left as it is.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-36902

⑬ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)2月6日

H 01 B 1/20
C 09 J 9/02
11/00
201/00
C 23 C 18/20
H 01 B 1/22

D
JAR
JAU
JAQ
D
7244-5G
6770-4J
6770-4J
6770-4J
6919-4K
7244-5G

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全8頁)

⑭ 発明の名称 導電性微粒子及び導電性接着剤

⑮ 特 願 平2-144638

⑯ 出 願 平2(1990)6月1日

⑰ 発 明 者 神 吉 和 彦 京都府宇治市木幡平尾29番地の95

⑰ 出 願 人 積水フラインケミカル 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
株式会社

⑰ 代 理 人 弁理士 酒 井 正 美

明 細 書

(産業上の利用分野)

(発明の名称)

導電性微粒子及び導電性接着剤

(特許請求の範囲)

1. 表面に突起を持った非導電性微粒子の表面に、金属メッキを施してなる導電性微粒子。
2. 表面に突起を持った非導電性微粒子の表面に、金属メッキを施してなる微粒子を液状又は固状の非導電性樹脂中に分散させてなる、導電性接着剤。
3. 固状の樹脂として、粘着付与剤を含んだ加熱溶融性の樹脂を用いた、特許請求の範囲第2項に記載の導電性接着剤。
4. 液状の樹脂として熱硬化性のプレポリマーを用いた特許請求の範囲第2項に記載の導電性接着剤。
5. 液状の樹脂として、光増感剤を含んだ光硬化型のプレポリマーを用いた、特許請求の範囲第2項に記載の導電性接着剤。

(発明の詳細な説明)

この発明は、導電性接着剤に用いられる導電性微粒子に関するものであり、また、そのような導電性微粒子を含んだ導電性接着剤に関するものである。

(従来の技術)

導電性接着剤は、液晶表示装置における電極間の接続、電子機器における基板と半導体チップとの接続などに広く利用されている。

導電性接着剤は、非導電性の樹脂中に導電性微粒子を分散させて作られている。導電性接着剤は、非導電性の樹脂によって接着し、導電性微粒子が電極間に介在し、導電性微粒子が電極に接触することによって電気を導く作用をし、また導電性微粒子相互の接触によって電気を導く作用をする。従って電極間の接続の場合には、導電性微粒子は接着剤の中であって、しかも接着剤の表面上に頭を表して電極などに接触することが必要とされ、

また基板と半導体チップとの接続の場合には導電性微粒子同士が互いに接触していることが必要とされる。

導電性接着剤に用いられる導電性微粒子としては、初めニッケル粉末、金メッキを施したニッケル粉末などの金属粉末が使用された。しかし、金属粉末を使用した導電性接着剤は、一様な導電性を発揮し難い、という欠点があった。それは、金属粉末が樹脂よりも格段に大きな密度を持つので、樹脂中で沈降しやすいからである。

そこで、金属よりも密度の小さい非金属材料で微粒子を作り、その表面に金属メッキを施して、導電性微粒子とすることが提案された。この場合、非金属材料としてはガラス、プラスチックなどが用いられた。ところが、このような非金属材料で作られている導電性微粒子を非導電性の樹脂中に分散させて、導電性接着剤としたものは、これを2個の電極間の接続に用いると、時々良好な導電

接合を示さないことがあった。とくに、加熱と冷却とのサイクルを繰り返すと、導電接合が劣化することが多かった。そこで、この点を改良する必要が生じた。

(発明が解決しようとする課題)

この発明は、上述のような欠点を改良しようとしてなされたものである。すなわち、この発明は、導電性接着剤用微粒子を改良することにより、均一で良好な導電性を確実に示し、また加熱と冷却とを繰り返しても導電性が劣化しないような、導電性接着剤を提供しようとしてなされたものである。

(課題解決のための手段)

この発明者は、非金属材料製の微粒子に、金属メッキを施してこれを導電性微粒子とした場合、良好な導電接合を示さない場合があるのは、その原因が微粒子の形状にあると考えた。

すなわち、ガラスやプラスチックを材料として

- 3 -

微粒子を作る場合には、これを溶融又は液状にして微粒子にすることとして来たので、非金属材料で作られた微粒子は、殆どすべてが球形又は球形に近い形状のものとなった。言いかえると、これまでの非金属材料製の微粒子は、その表面が凹凸のない平滑面で構成された来た。

他方、電極は、その表面に絶縁性の薄膜の形成されていることが多い。例えば、アルミ電極の場合には、その表面が通常酸化アルミニウムの薄膜で覆われている。

この発明者は、これまでの導電性接着剤では、その中に用いられている導電性微粒子が球形であるため、これを電極表面に押しつけた場合に、微粒子が電極表面にある絶縁性の薄膜を突き破ることができず、従って良好な導電性が得られないことになる、と考えた。そこでこの発明者は、これまで球形とされて来た導電性微粒子の形状を改めて、その表面に突起を設けた形状にすることを試

- 4 -

みた。すると、良好な導電性の得られることが確認された。この発明は、このような知見に基づいて完成されたものである。

(発明要旨)

この発明は、表面に突起を持った非導電性微粒子の表面に、金属メッキを施してなる導電性接着剤用微粒子を要旨とするものである。

(各要件の説明)

この発明に係る微粒子は、内部が非導電性の材料で作られている。非導電性の材料としては、これまで用いられて来た種々のものを用いることができる。大きく分けて、有機物でも無機物でも使用することができる。有機物としては各種プラスチックを用いることができ、無機物としてはガラスを用いることができる。これらの材料は、これまで提案されたように、その中に気泡を含むものであっても、また表面に気孔が開口しているものであってもよい。プラスチックとしては、線状重

合体から成るものも、架橋された重合体から成るものも、何れも使用できる。

これまで用いられて来た非導電性の微粒子は、上述のように、凹凸のない平滑面で表面が構成されていた。表面に気孔が開口している場合でも、その表面はところどころに凹みがあるだけで、突起のあるものではなかった。この発明の微粒子は、表面に突起を持っていることを特徴としている。そこで、この発明の微粒子を作るには、従来の微粒子の表面に突起を設ける必要がある。それには、色々な方法が採用できるが、1つの方法は、従来の微粒子を母粒子としてこの表面に子粒子を付着させる方法である。付着させるには、接着剤を用いてもよいし、また接着剤を用いなくて直接融着させてもよい。

母粒子に子粒子を付着させて突起のある微粒子を作るには、子粒子を母粒子と同じ材料で作ってもよいが、また異なった材料で作ってもよい。異

なった材料で作る場合には、子粒子の方が母粒子よりも柔らかくて、変形しやすいものとしてもよい。例えば母粒子を架橋結合されたポリスチレンで作り、子粒子を架橋されていない線状のポリスチレンで作ってもよい。このようにすると、子粒子の方が軟化点が低いから、加熱して子粒子を軟化させ、母粒子に融着させやすいこととなる。また、これとは逆に母粒子の方を子粒子よりも柔らかくしてもよい。

この発明において用いられる非導電性の微粒子は、金平糖を作るような方法によっても作ることができる。すなわち、母粒子を回転する容器に入れて、粒子表面に子粒子の溶液を付着させ、容器を回転させながら溶媒を蒸発させて、母粒子表面に溶質を角状に析出させて、突起を持った微粒子とすることもできる。

この発明において、非導電性の微粒子を構成する材料として用いることのできるものを列挙する

- 7 -

と、次のとおりである。プラスチックとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリテトラフルオロエチレン、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリイミド、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリアセタール等の線状又は架橋高分子、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジビニルベンゼン重合体、ジビニルベンゼン-スチレン共重合体、ジビニルベンゼン-アクリル酸エステル共重合体、ジアリルフタレート重合体、トリアリルイソシアネート重合体、ベンゾグアナミン重合体等の網目構造を有する樹脂を用いることができる。これらのうちで、好ましいものは、ジビニルベンゼン重合体、ジビニルベンゼン-スチレン共重合体、ジビニルベンゼン-アクリル酸エステル共重合体、ジアリルフタレート重合体等の網目構造を

- 9 -

- 8 -

有する樹脂である。

無機質としては、ケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、鉛ガラス、ソーダ石灰ガラス、アルミナ、アルミナシリケート等を用いることができる。これらのうちで、好ましいのは、ケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラスである。

母粒子の形状は、とくに限定するわけではないが、例えば真球状、楕円球状、円柱状のものを用いることができる。真球状の場合、直径は0.1-1000 μ mの範囲がよく、とくに好ましい直径は1-100 μ mである。楕円球状の場合、短径は0.1-1000 μ mの範囲がよく、好ましい範囲は1-100 μ mである。長径対短径の比は1-10の範囲であるのがよく、好ましい範囲は1-5である。

突起を構成する材質としても、色々なものを使用することができる。すなわち、有機質も無機質も使用することができる。突起を構成する有機質

- 15 -

- 10 -

BEST AVAILABLE COPY

としては、高密度ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリアミド、ポリスチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリアセタール、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジビニルベンゼン共重合体、ジビニルベンゼン-スチレン共重合体、ジビニルベンゼン-アクリル酸エステル共重合体、ジアリルフタレート重合体、トリアリルイソシアネート重合体、ベンゾグアナミン重合体等を用いることができる。無機質としては、ケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、鉛ガラス、ソーダ石灰ガラス、アルミナ、アルミナシリケート等を用いることができる。

突起を構成する材質としては、適当な硬さを持つものを用いるのが好ましい。具体的には、弾性率が0.3ニュートン/㎡以上、10ニュートン/㎡以下の範囲のものを用いるのが好ましい。その

- 11 -

分の1以下が最適である。

上述の突起は、母粒子の表面に多数形成されていることが必要である。母粒子は、すなわち微粒子本体であるから、突起は微粒子本体の表面上に多数形成されていなければならない。多数の程度は、微粒子の表面を8等分した場合、等分された各部分の何れもが、1個以上の突起を持つこととなる、という位であるのが望ましい。そのうちでは、8等分した場合に、各部分に少なくとも1個の突起が存在している、という程度であるのが好ましい。

この発明に係る微粒子は、上述の非導電性微粒子に金属メッキを施して得られる。すなわち、この発明の微粒子は、非導電性微粒子の持つ突起をそのまま残して、表面に金属メッキを施して作られたものである。

非導電性微粒子の表面にメッキを施すには、既に提案されている色々な方法を用いることができ

理由は、弾性率が0.3ニュートン/㎡以下では、突起が柔軟となって、微粒子を電極表面に押しつけた場合に、突起が電極表面に形成されている絶縁性皮膜を突き破ることができなくなるからであり、逆に弾性率が10ニュートン/㎡以上では、突起が硬過ぎて、例えばITO（インジウム・錫酸化物）ガラス表面を傷つけたりする弊害があらわれるからである。

突起の形状は、とくに限定されない。その形状は、角錐状、円錐状、ドーム状等の何れであってもよい。突起の高さは、母粒子の平均直径の200分の1以上、5分の1以下であることが望ましい。突起の高さが、母粒子の平均直径の200分の1以下であると、突起としての効果がなくなり、また突起の高さが上記直径の5分の1以上になると、突起が折れ易くなるからである。そのうちでは、突起の高さは微粒子本体の直径の100分の1以上、8分の1以下が望ましく、50の1以上、10

- 12 -

る。一般的に言えば、メッキの操作は、前処理工程とメッキ工程とから成り立っている。前処理工程は、例えばエッチング工程であり、またアクチベーション工程である。メッキ工程は、無電解メッキ法、真空蒸着法、イオンスパッタリング法等によって行うことができる。

エッチング工程は、非導電性微粒子の表面に小さな凹凸を形成させ、これによってメッキ層の密着を良くするための工程である。エッチング工程は、苛性ソーダ、濃塩酸、濃硫酸、無水クロム酸などの水溶液に、微粒子を接触させることによって行う。

アクチベーション工程は、エッチングした微粒子の表面に触媒層を形成するとともに、形成した触媒層を活性化させる工程である。触媒層の活性化により、後述の化学メッキ工程又は無電解メッキ工程において、金属の析出が促進される。触媒としては、Pd²⁺及びSn²⁺を含んだ水溶液が用いら

れる。これに濃硫酸又は濃塩酸を作用させると、 Sn^{2+} が除かれ、あとにPdが残る。Pdは、また苛性ソーダ濃厚溶液により活性化され、増感される。

化学メッキ工程は、触媒層が形成された微粒子表面に、導電性の金属層を形成する工程である。これは、金属イオンが含まれた化学メッキ液内に、微粒子を浸漬することによって行うことができる。例えば、硫酸ニッケルの水溶液に、次亜リン酸ナトリウムやピロリン酸ナトリウムなどの還元剤を溶解しておき、この中に微粒子を浸漬すると、硫酸ニッケルが還元されて微粒子表面上にニッケルの金属を析出させるので、これによってメッキを行うことができる。同様の原理により、金、銀、銅、コバルトなどの金属層を形成することができる。

金属メッキの層は、 $0.02\mu\text{m}$ ないし $5\mu\text{m}$ とするのが好ましい。 $0.02\mu\text{m}$ 以下では、望ましい導電性が得られないからであり、逆に $5\mu\text{m}$ 以

上となると、粒子を構成する非導電性材料と、メッキによって形成された金属とが、熱膨張率を異にするために、その間で剥離を起こし、従って金属メッキ層が剥がれやすくなるからである。

金属メッキを施して得られた微粒子は、表面に金属メッキ層を持っているために、導電性を持っている。しかも、この微粒子は表面に突起を持っているので、これを電極間に挟んで押圧すれば、突起の先が電極に接触するので、突起が電極表面に形成されている非導電性の障壁を突き破って、電極に接触することとなり、従って平滑な表面を持った微粒子よりも、良好な接続を形成する。とくに、微粒子表面を8等分した場合に、何れの部分にも1個以上の突起が存在するようにすれば、微粒子がどのような方向に向いていても、まず突起が電極又は隣接する微粒子と接触することとなるから、確実に良い接続状態を現出する。また、突起の高さを微粒子直径の200分の1以上、5

- 15 -

分の1以下とすれば、突起が、電極又は他の粒子に接触することが確実となり、しかも折損のおそれも少ない。従って、この発明の微粒子は、導電性微粒子として大きな利益をもたらすものである。

この発明は、他面において、上述の導電性微粒子を用いた導電性接着剤を提供する。その導電性接着剤は、表面に突起を持った非導電性微粒子の表面に金属メッキを施してなる微粒子を、液状又は固状の非導電性樹脂の中に分散させることによって、作られたものである。

液状又は固状の非導電性樹脂としては、各種のものをを用いることができる。固状の樹脂としては、加熱すると熔融する樹脂を用いることができ、液状の樹脂としては、熱硬化性のプレポリマーや、光硬化型のプレポリマーを用いることができる。これら非導電性樹脂に対して、導電性微粒子の添加量は、樹脂100重量部に対して微粒子を0.1ないし50重量部とする。

- 17 -

- 17 -

- 16 -

このうち、加熱溶解性の樹脂としては、下記のものをを用いることができる。エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸エステル共重合体、エチレン-酢酸ビニル-アクリル酸三元共重合体、スルホン化ポリエチレン、ポリブタジエンスチレンブロック共重合体、水添ポリブタジエンスチレンブロック共重合体、水添ポリイソプレン-スチレンブロック共重合体等を単独又は混合して用いることができる。これらに粘着付与剤として、ロジン、エナメルガム、マレイン酸変性ロジン等のロジン系樹脂や、石油樹脂、キシレン樹脂、クマロンインデン樹脂等を添加することもできる。

熱硬化性の液状プレポリマーとしては、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂等を用いることができるが、それらの中ではエポキシ樹脂が好ましい。エポキシ樹脂としては、ビスフェノールAとエピクロロヒドリンとを反応させて得

- 18 -

られるビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールFとエピクロロヒドリンとを反応させて得られるビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールADとエピクロロヒドリンとを反応させて得られるビスフェノールAD型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂を用いることができる。

光硬化型の液状プレポリマーとしては、アクリレートプレポリマー、ウレタンアクリレートプレポリマー、エポキシアクリレートプレポリマー、エンチオール型プレポリマー等を用いることができる。これらは、希釈剤として、ブチルアクリレート、ブチルメタクリレート、ドデシルアクリレート、ドデシルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート等の単量体を混合して用いることができる。

光硬化型の液状プレポリマーには、光増感剤と

して、2-メチル-1-(4-(メチルチオ)フェニル)-2-モルホリノプロパン-1,2,2'-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン等のベンゾフェノン系、ベンゾインイソプロピルエーテル等のベンゾイン系化合物を混合して使用することができる。光増感剤の添加量は、前述のプレポリマーと希釈剤の合計量100重量部に対して0.1ないし10重量部とする。

この発明に係る導電性接着剤は、色々な形に加工して使用に供することができる。例えば、ペースト状、印刷インキ状、フィルム状に加工して使用に供する。

ペースト状のものは、例えば非導電性樹脂として熱硬化性の液状プレポリマーを用いて、ペース

- 19 -

ト状の導電性接着剤とし、これを適当なディスペンサーに入れて保存し、必要なとき、ディスペンサーから取り出して、接着すべき電極上に所望の厚みに塗り、この上に対向電極を重ね合わせ、加熱するとともに加圧して樹脂を硬化させ、こうして接着を完了させる。

印刷インキ状のものは、例えば、非導電性樹脂として加熱溶融性の樹脂を用いて、これに適当な溶媒を加えて印刷に適した粘度を持たせ、これを接着すべき電極上にスクリーン印刷し、その後溶媒を蒸発させ、この上に対向する電極を重ねて加熱加圧して、接着を完了させる。

フィルム状のものは、例えば非導電性樹脂として加熱溶融性の樹脂を用いた導電性接着剤に、溶媒を加えて溶液状にし、この溶液を離型フィルム上に流延して皮膜を作り、皮膜から溶媒を蒸発させたものをロール状に巻き取って作られる。使用の場合には、ロール状に巻かれたものから皮膜を

- 20 -

離型フィルムとともに巻き戻して、皮膜を接着すべき電極上に置き、この上に対向電極を重ねて加熱加圧して、接着を完了させる。

(発明の効果)

この発明によれば、導電性微粒子が、非導電性微粒子の表面に金属メッキを施して作られているから、微粒子が電導性を持ちながら、密度が小さいものとなっている。従って、この微粒子を非導電性の樹脂中に分散させた場合にも、微粒子が樹脂中で沈降することがなく、従って均一な導電性を示す導電性接着剤が得られる。しかも、微粒子は、表面に突起を持っているので、樹脂表面から突起を突出させやすく、また樹脂の内部では隣接する粒子間で突起同士が接触しやすく、従ってこれを押圧した場合、突起が電極表面に存在する絶縁性の薄膜を突き破ることとなり、また微粒子同士が確実に接触して十分な導電性を発揮することとなる。だから、この発明は、良好な導電性が得

られないことがある、という従来品の欠点を改良したことになり、さらに加熱と冷却とを繰り返しても良好な導電性が変わらないという効果をもたらし、従って工業上大きな利益をもたらすものである。

以下に実施例と比較例とを挙げて、この発明の構成と効果とをさらに具体的に説明する。

実施例 1

ジビニルベンゼンを懸濁重合することにより得られたプラスチックビーズを分級して、平均粒径が $10\mu\text{m}$ 、標準偏差値 $0.4\mu\text{m}$ の微球体を作成して、これを母粒子とした。他方、スチレン75重量%、ジビニルベンゼン25重量%のモノマー組成物を懸濁重合したのち、分級して平均粒径が $1.2\mu\text{m}$ 、標準偏差が $0.2\mu\text{m}$ の小粒子を作成し、これを子粒子とした。

奈良興業社製のハイブリダイザにより、母粒子の表面に子粒子を付着させて、表面に突起を持つ

- 23 -

にして、金メッキ層を施した。ムデンゴールド液（興野製薬社製）75mlのpHを6.0に調整したのち、85℃まで昇温して金置換メッキを行った。これを水洗した後、乾燥して導電性微粒子を得た。

この導電性微粒子を分析したところ、金含有率が24.5重量%、ニッケル含有率が23.2重量%であった。また、この導電性微粒子では、突起の高さが微粒子本体の平均直径の10分の1ないし8分の1となって、そのまま残っていた。

この導電性微粒子をエポキシ接着剤（吉川化工社製、SE-4500）に10重量%の割合で混合して、導電性接着剤とした。

この導電性接着剤を、 $200\mu\text{m}$ ピッチ幅でITO電極が形成されたガラス板上にスクリーン印刷により塗布した。同じく $200\mu\text{m}$ のピッチで $35\mu\text{m}$ のポリイミド上に表面がアルミからなる電極を形成したフレキシブルプリント電極を、上記電極に重ね合わせたのち、 $30\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力を

- 25 -

た非導電性微粒子を得た。この微粒子はコブ状の突起を有し、突起の高さは母粒子の平均直径のおよそ10分の1ないし8分の1となっていた。

この微粒子の表面に、以下に述べるようにして、まず無電解メッキを施した。上記の非導電性微粒子10gを粉末メッキ用ブリディップ液（興野製薬社製）に室温で30分間浸漬してエッチングした。その後、水洗し、キャタリストC液（興野製薬社製）10ml、37%塩酸10ml、メタノール10mlに室温で30分間浸漬して活性化した。その後この微粒子を5%硫酸で洗浄し、充分に水洗した。次いで、硫酸ニッケル $17\text{g}/100\text{ml}$ 、次亜リン酸ナトリウム $17\text{g}/100\text{ml}$ 、ピロリン酸ナトリウム $34\text{g}/100\text{ml}$ の組成から成るpH9.4の無電解ニッケルメッキ液に、上記の微粒子を投入し、70℃で10分間浸漬して、ニッケルメッキ層を形成した。

次いで、この微粒子の表面に以下に述べるよう

- 24 -

加え、150℃で1時間加熱して圧着した。

この物の接合部の接触抵抗は 0.5Ω であった。また、70℃に1時間保持し、次いで-40℃に1時間保持するという熱サイクルを50回かけた後に、接触抵抗値を測定したところ、抵抗値は 0.7Ω であり、極めて安定した性能を示した。

実施例 2

母粒子として平均粒径が $15.0\mu\text{m}$ 、標準偏差値が $0.7\mu\text{m}$ のシリカ微粒子を使用することとした以外は、実施例1と同様に実施して、表面に突起を持った非導電性微粒子を得た。

メッキ条件は、ムデンゴールド液を53ml用いることとした以外は、実施例1と同様に実施して導電性微粒子を得た。

この導電性微粒子を分析したところ、金含有率が10.2重量%、ニッケル含有率が11.0重量%であった。この微粒子では、突起の高さが微粒子本体の平均直径の15分の1ないし12分の1で

- 19 -

- 26 -

BEST AVAILABLE COPY

あった。

この導電性微粒子をクロロブレン（旭電化社製、A-90）のイソホロン溶液からなる非導電性樹脂中に分散させて、ペースト状の導電性接着剤を作った。このとき、樹脂に対する導電性微粒子の混合割合を15重量%とした。20 μm の厚みのポリエステルフィルム上に、400 μm のピッチ幅でカーボン粉末を樹脂で固めた電極線の形成されたものの上に、上記ペースト状接着剤をスクリーン印刷により塗布した。同じく400 μm のピッチ幅のITO電極を形成したガラス板上に、上記塗布物を重ね合わせ、30 kg/cm²の圧力で140℃に10秒間圧着した。

このものの接合部の抵抗値は10 Ω であり、70℃で1時間、次いで-40℃で1時間の熱サイクルを50回かけた後の抵抗値は12 Ω であり、極めて安定した性能を示した。

比較例 1

- 27 -

下でメッキを行った。その結果、金含有率が11.5重量%、ニッケル含有率が9.8重量%の導電性微粒子を得た。

この導電性微粒子を用いて、実施例と同様に処理してペースト状の導電性接着剤を得た。この接着剤を用いて、実施例2で用いたのと同じ電極材料を加熱圧着して接合した。

この接合部の抵抗値は78 Ω であり、70℃と-40℃との熱サイクルを50回かけた後の抵抗値は280 Ω であって、次第に抵抗が増加することを確認した。

特許出願人 積水フラインケミカル株式会社

代理人 弁理士 西 井 正 美



ジビニルベンゼンを懸濁重合させて得られた微球体を分級して、平均粒径が10 μm 、標準偏差値が0.4 μm の微球体を得て、これを微粒子とした。この微粒子に実施例1と同様に実施してメッキを行った。その結果、金含有率が26.0重量%、ニッケル含有率が19.5重量%の導電性微粒子を得た。

この導電性微粒子を用いて、実施例1と同じ手順でペースト状にして導電性接着剤を得た。

実施例1で使用したのと同じ電極材料に、上記導電性接着剤を塗布し、実施例1と同様に処理して接合し、接合部の抵抗を測定した。接合直後の接触抵抗は7.8 Ω であり、70℃と-40℃との熱サイクルを50回かけた後の抵抗値は35 Ω であって、抵抗が次第に増加することが確認された。

比較例 2

平均粒径が15.0 μm 、標準偏差値が0.7 μm のシリカ微球体を用いて、実施例2と同様な条件

- 28 -